

Hit List

| | | | | |
|-------------------------------|-------------------------------------|-----------------------|--------------------------|---------------------------|
| Clear | Generate Collection | Print | Fwd Refs | Bkwd Refs |
| Generate OACS | | | | |

Search Results - Record(s) 1 through 1 of 1 returned.

1. Document ID: JP 2002080675 A

L4: Entry 1 of 1

File: JPAB

Mar 19, 2002

PUB-NO: JP02002080675A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2002080675 A

TITLE: ACRYLIC BINDER RESIN COMPOSITION FOR BAKING-TYPE PASTE

PUBN-DATE: March 19, 2002

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

ISHII, HIROKI

IKEGAMI, YUKIHIRO

INT-CL (IPC): C08 L 33/04; H01 B 13/00; H01 G 4/12; H01 L 23/14

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an acrylic binder resin composition for a baking-type paste which can impart high viscosity to the paste by the use of a small amount and exhibits excellent properties in baking.

SOLUTION: This binder resin composition is a solution comprising (A) 100 pts.mass thermoplastic acrylic polymer having a wt. average mol.wt. of 1,000,000-6,000,000 and (B) 400-1,900 pts.mass organic solvent containing at least 50 mass% aromatic alcohol having a boiling point of 200°C or higher and has a Brookfield viscosity (at 25°C) of 10,000 mPa.s or higher.

COPYRIGHT: (C)2002, JPO

| | | | | | | | | | | | | |
|----------------------|-----------------------|--------------------------|-----------------------|------------------------|--------------------------------|----------------------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|------------------------|---------------------|----------------------|
| Full | Title | Citation | Front | Review | Classification | Date | Reference | Sequences | Attachments | Claims | KMC | Draw |
|----------------------|-----------------------|--------------------------|-----------------------|------------------------|--------------------------------|----------------------|---------------------------|---------------------------|-----------------------------|------------------------|---------------------|----------------------|

| | | | | | |
|-----------------------|-------------------------------------|-----------------------|--------------------------|---------------------------|-------------------------------|
| Clear | Generate Collection | Print | Fwd Refs | Bkwd Refs | Generate OACS |
|-----------------------|-------------------------------------|-----------------------|--------------------------|---------------------------|-------------------------------|

| Term | Documents |
|-------------------------|-----------|
| "2002080675" | 1 |
| 2002080675S | 0 |
| "2002080675".PN..JPAB. | 1 |
| (2002080675.PN.).JPAB. | 1 |

ACCESSION NUMBER: 2002:207585 CAPLUS
DOCUMENT NUMBER: 136:248424
ENTRY DATE: Entered STN: 20 Mar 2002
TITLE: Acrylic binder resin compositions for calcinable pastes
INVENTOR(S): Ishii, Hiroki; Ikegami, Yukihiro
PATENT ASSIGNEE(S): Mitsubishi Rayon Co., Ltd., Japan
SOURCE: Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 6 pp.
CODEN: JKXXAF
DOCUMENT TYPE: Patent
LANGUAGE: Japanese
INT. PATENT CLASSIF.:
MAIN: C08L033-04
SECONDARY: H01B013-00; H01G004-12; H01L023-14
CLASSIFICATION:
37-6 (Plastics Manufacture and Processing)
Section cross-reference(s): 76
FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1
PATENT INFORMATION:

| PATENT NO. | KIND | DATE | APPLICATION NO. | DATE |
|---------------|------|----------|-----------------|----------|
| JP 2002080675 | A2 | 20020319 | JP 2000-272648 | 20000908 |
| | | | JP 2000-272648 | 20000908 |

PRIORITY APPLN. INFO.:

| PATENT NO. | CLASS | PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES |
|---------------|-------|------------------------------------|
| JP 2002080675 | ICM | C08L033-04 |
| | ICS | H01B013-00; H01G004-12; H01L023-14 |

ABSTRACT:

Title compns., useful for elec. conductive or ceramic fillers, comprise 100 parts thermoplastic acrylic polymers having weight-average mol. weight (M_w) of 106 to 6 + 106 and 400-1,900 parts organic solvents containing ≥50% aromatic hydrocarbon group-containing alcs. with b.p. of ≥200° and show a 25° viscosity (VS; by B-type viscometer) of ≥104 mPa-s. Stirring 100 parts iso-Bu methacrylate-Me methacrylate copolymer (I) with M_w of 5 + 106 and 900 parts benzyl alc. at 100° gave a **paste** showing VS 35,000 mPa-s, uniformly soluble I, and good calcining ability (complete decomposition from room temperature to 450° at 10°C/min).

SUPPL. TERM: acrylic resin benzyl alc binder **paste** calcining ability; soly acrylic resin aralkyl alc

INDEX TERM: Binders
Calcnation
Fillers

(acrylic resins soluble in benzyl alc. as binder pastes with good calcining ability for elec. conductive or ceramic fillers)

INDEX TERM: Acrylic polymers, preparation
ROLE: IMF (Industrial manufacture); POF (Polymer in formulation); PRP (Properties); TEM (Technical or engineered material use); PREP (Preparation); USES (Uses)
(acrylic resins soluble in benzyl alc. as binder pastes with good calcining ability for elec. conductive or ceramic fillers)

INDEX TERM: Alcohols, properties
ROLE: NUU (Other use, unclassified); PRP (Properties); USES (Uses)
(aralkyl; acrylic resins soluble in benzyl alc. as binder pastes with good calcining ability for elec. conductive or ceramic fillers)

INDEX TERM: 25608-33-7P, Butyl methacrylate-**methyl** methacrylate copolymer 26044-94-0P, Isobutyl methacrylate-**methyl** methacrylate copolymer 52002-56-9P, Isobutyl methacrylate-2-hydroxyethyl methacrylate-**methyl** methacrylate copolymer
ROLE: IMF (Industrial manufacture); POF (Polymer in formulation); PRP (Properties); TEM (Technical or engineered material use); PREP (Preparation); USES (Uses)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-80675

(P2002-80675A)

(43)公開日 平成14年3月19日(2002.3.19)

| (51)Int.Cl' | 識別記号 | F I | データコード*(参考) |
|-----------------|-------|--------------|-------------------|
| C 08 L 33/04 | | C 08 L 33/04 | 4 J 0 0 2 |
| // H 01 B 13/00 | 5 0 3 | H 01 B 13/00 | 5 0 3 C 5 E 0 0 1 |
| H 01 G 4/12 | 3 6 1 | H 01 G 4/12 | 3 6 1 |
| H 01 L 23/14 | | H 01 L 23/14 | M |

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全 6 頁)

| | |
|---|--|
| (21)出願番号 特願2000-272648(P2000-272648) | (71)出願人 三菱レイヨン株式会社 東京都港区港南一丁目6番41号 |
| (22)出願日 平成12年9月8日(2000.9.8) | (72)発明者 石井 弘樹 愛知県名古屋市東区砂田橋四丁目1番60号 三菱レイヨン株式会社商品開発研究所内 |
| | (72)発明者 池上 幸弘 愛知県名古屋市東区砂田橋四丁目1番60号 三菱レイヨン株式会社商品開発研究所内 |
| | F ターム(参考) 4J002 BG041 BG051 BG061 HA05 SE001 AC009 AC10 AH01 AJ01 |

(54)【発明の名称】 焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物

(57)【要約】

【課題】 少量でペーストに高粘度を付与できるとともに、焼成性にも優れた焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物の提供。

【解決手段】 重量平均分子量が1,000,000～6,000,000の範囲である熱可塑性アクリル系ポリマー(A)100質量部に対して、沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールが50質量%以上含まれる有機溶剤(B)400～1,900質量部が配合された溶解物からなり、温度25℃におけるB型粘度が10,000mPa・s以上である焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 重量平均分子量が1,000,000～6,000,000の範囲である熱可塑性アクリル系ポリマー（A）100質量部に対して、沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールが50質量%以上含まれる有機溶剤（B）400～1,900質量部が配合された溶解物からなり、温度25℃におけるB型粘度が10,000mPa·s以上である焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物。

【請求項2】 热可塑性アクリル系ポリマー（A）が炭素数1～4のアルキル（メタ）アクリレート単量体から選ばれる少なくとも1種（a-1）80～100質量%、水酸基を含有する（メタ）アクリレート単量体（a-2）0～10質量%、その他共重合可能な単量体（a-3）0～10質量%を含有するモノマー混合物（ただし、モノマー全体の合計は100質量%とする）の共重合物である請求項1記載の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物。

【請求項3】 有機溶剤（B）に含まれる沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールが、ベンジルアルコールである請求項1または2記載の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物。

【請求項4】 大気中雰囲気及び／又は不活性ガス雰囲気中において10℃/minの昇温速度で450℃までの加熱による焼成条件での熱分解残渣が、0.5質量%以下である請求項1～3のいずれかに記載の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、Ag、Cu、Ni、Pd等の導体粉体を始めとする各種フィラーをセラミックス基板やコンデンサー等の基材に賦形し焼結するために使用されるペーストの構成成分であるバインダーとして好適に用いられる樹脂組成物に関するものであり、さらに詳しくは、少量でペーストに高粘度を付与できるとともに、焼成性にも優れた焼成型ペースト用バインダー樹脂組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来より、金属や無機物等からなるフィラーをバインダーに分散したペーストを用いて、パターンもしくは成形体を作製し、さらに、これを焼成してバインダーを熱分解させ、導体部やセラミック成形体を製造する方法が知られている。このペーストの構成成分であるバインダーは、フィラーをつなぎ止めることによって、作製されたパターンや成形体の形状を保持するために必要となるものであり、フィラーを焼結させる際に熱分解せるものである。

【0003】したがって、バインダーは、焼成性に優れる

（良好な熱分解性を有し、残渣が残らないこと）ことが必要である。また、バインダーは、パターンや成形体等

の作製時に用いられる種々の加工方法（ディップ法、ドクターブレード等によりシート状に成形する方法、スクリーン印刷する方法等）に対応するために、ペーストに高粘度を付与できる必要がある。

【0004】特に、ペーストをディップ法やスクリーン印刷で使用する場合には、さらに、焼結させるフィラー成分の充填率を上げるために、ペースト中のバインダー量をできるだけ少なくする必要がある。そこで、少ないバインダー量でペーストに高粘度を付与させるために、ブチラール樹脂やエチルセルロース等を有機溶剤に溶解させた溶剤系バインダーが用いられていた。

【0005】ところが、最近の電子材料には、アルミのようないくつかの高温焼成タイプのフィラーやガラス粉体等の低温焼成可能なフィラーが用いられており、特に低温焼成型のフィラーを焼結させる場合もしくは金属フィラーの酸化防止のために不活性ガス雰囲気（還元性雰囲気）中で焼結させる場合においては、上記のブチラール樹脂やエチルセルロース樹脂のバインダーを使用すると焼成不良によってスラッジが発生し、できあがった金属導体やセラミックスの特性が低下するという問題があった。

【0006】そこで、従来のバインダーの欠点を解決するために、焼成性の良いアクリル樹脂を使ったアクリル樹脂バインダーが提案されている。例えば、特開平10-167836号公報には、イソブチルメタクリレートと2-エチルヘキシルメタクリレート、及びβ位もしくはα位に水酸基を有するメタクリレートとの共重合体の使用が記載されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかし、特開平10-167836号公報に記載されているアクリル樹脂バインダーは、同一樹脂量で比較した場合においてブチラール樹脂やエチルセルロース樹脂より熱分解性は優れるものの、ディップ塗装やスクリーン印刷に必要とされる高粘度をペーストに付与させるためにはバインダー量を多くする必要があった。その結果、得られる焼結体が低密度化し、金属導体やセラミックスとして充分な特性を得ることができなかった。

【0008】本発明の目的は、少量でペーストに高粘度を付与できるとともに、焼成性にも優れた焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物を提供することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題について鋭意検討を行った結果、特定の重量平均分子量を有するアクリル系ポリマーと、芳香族炭化水素含有アルコールを主成分とする有機溶剤を用いることによって、上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成了。

【0010】すなわち、本発明は、重量平均分子量が1,000,000～6,000,000の範囲である熱可塑性

3

アクリル系ポリマー（A）100質量部に対して、沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールが50質量%以上含まれる有機溶剤（B）400～1,900質量部が配合された溶解物からなり、温度25℃におけるB型粘度が10,000mPa·s以上である焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物に関するものである。

【0011】

【発明の実施の形態】本発明の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物は、温度25℃におけるB型粘度が10,000mPa·s以上である必要がある。これは、温度25℃におけるB型粘度が10,000mPa·s未満であると、得られる焼成型ペーストの粘度が不足し、ペーストの加工性が損なわれる傾向にあるためである。温度25℃におけるB型粘度は、下限値としては20,000mPa·s以上とすることが好ましく、上限値としては50,000mPa·s以下とすることが好ましい。

【0012】本発明で使用される熱可塑性アクリル系ポリマー（A）の重量平均分子量は、1,000,000～6,000,000の範囲である必要がある。これは、重量平均分子量が1,000,000未満であると、得られる焼成型ペーストの粘度が不足し、ディップ塗装時等における作業性や加工性が損なわれる傾向にあり、重量平均分子量が6,000,000を超えると、ポリマーの有機溶剤への溶解が困難となる傾向にあるためである。重量平均分子量は、下限値としては2,000,000以上とすることが好ましく、上限値としては5,000,000以下とすることが好ましい。

【0013】本発明で使用される熱可塑性アクリル系ポリマー（A）は、炭素数1～4のアルキル（メタ）アクリレート単量体から選ばれる少なくとも1種（a-1）80～100質量%、水酸基を含有する（メタ）アクリレート単量体（a-2）0～10質量%、その他共重合可能な単量体（a-3）0～10質量%を含有するモノマー混合物（但し、モノマー全体の合計は100質量%とする）を共重合して得られるものであるのが好ましい。

【0014】炭素数1～4のアルキル（メタ）アクリレート単量体から選ばれる少なくとも1種（a-1）は、モノマー混合物の構成成分として80質量%以上含有することにより、得られる熱可塑性アクリル系ポリマーを用いた焼成型ペーストに優れた焼成性を付与させることができるものである。より好ましくは90質量%以上である。

【0015】（a-1）成分としては、例えば、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、n-ブチル（メタ）アクリレート、i-ブチル（メタ）アクリレート等のモノ（メタ）アクリレートを挙げができる。これらは、必要に応じて単独または2種以上を適宜選択して使用することができる。

4

【0016】水酸基を含有する（メタ）アクリレート単量体（a-2）は、モノマー混合物の構成成分として10質量%以下含有することにより、得られる熱可塑性アクリル系ポリマーを用いた焼成型ペーストの粘性や金属顔料等の分散安定性を向上させることができるとともに、焼成型ペーストに優れた熱分解性を付与させることができ。成分の含有量は、下限値としては0.1質量%以上とすることが好ましく、上限値としては5重量%以下とすることが好ましい。

【0017】（a-2）成分としては、例えば、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、1,2-ジヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、1,2-ジヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、1,2-ジヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、1,2-ジヒドロキシラーエチルヘキシル（メタ）アクリレート、1,2,3-トリヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、1,2,3-トリヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、1,1-ジヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、1,1-ジヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、1,1-ジヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、1,1,2-トリヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、1,1,2-トリヒドロキシブチル（メタ）アクリレート等が挙げができる。これらは、必要に応じて単独または2種以上を適宜選択して使用することができるが、中でも、炭素数2～8のアルキル基にヒドロキシル基を1個以上含有する（メタ）アクリレートが、金属や無機物等からなるフィラーとの分散性を向上させることができる傾向にあり好ましい。

【0018】その他共重合可能な単量体（a-3）は、焼成性を著しく低下させないものであれば、モノマー混合物の構成成分として10重量%以下の範囲で、単独または2種類以上を適宜選択して使用することができる。

【0019】（a-3）成分としては、例えば、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、炭素数5以上のアルキル（メタ）アクリレート、ステレン、 α -メチルステレン、アクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、ジエチルアミノエチル（メタ）アクリレート、ジメチルアミノエチル（メタ）アクリレート、アリルメタクリレート、グリシジルメタクリレート、ベンジルメタクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ポリブチレングリコールジメタクリレート、1,6-ヘキサンジオールジメタクリレート、1,3-ブチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、酢酸ビニル等を挙げができる。

【0020】本発明で使用される熱可塑性アクリル系ポリマー（A）は、溶液重合、懸濁重合、乳化重合等の方法で

製造することができる。

【0021】本発明で使用される有機溶剤（B）は、沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールが50質量%以上含まれている必要がある。これは、沸点が200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールの含有量が50質量%未満であると、熱可塑性アクリル系ポリマー（A）の溶解性が低下し、溶液中で溶剤とポリマーが相分離する場合や、ポリマー未溶解物が発生する場合があるためである。好ましくは60質量%以上である。

【0022】沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコールとしては、例えば、ベンジルアルコール（沸点206℃）、フェニルプロピレンジリコール（沸点243℃）、クレゾール（沸点202℃）等を挙げることができ、中でも、ベンジルアルコールが、熱可塑性アクリル系ポリマー（A）との溶解物に高粘度を与える効果が高い傾向にあり、特に好ましい。

【0023】上述の沸点200℃以上の芳香族炭化水素含有アルコール以外の有機溶剤は、有機溶剤（B）の50質量%未満となる範囲で、1種類以上を適宜選択して使用することができ、特に限定されるものではないが、中でも、沸点150℃以上の有機溶剤が作業性（溶剤の乾燥を速らし、ペーストの粘度変化を防ぐ）の点で好ましい。

【0024】沸点150℃以上の有機溶剤としては、例えば、ターピネオール、ジヒドロターピネオール、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、ブチルカルビトールアセテート、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、2,2,4-トリメチル1,3-ペンタジオールモノイソブチレート、イソホロン、3-メトキシブチラーアセテート、沸点150℃以上の芳香族または脂肪族炭化水素、乳酸ブチル、ジブチルフタレート、ジオクチルフタレート等のフタル酸エステルまたはジブチルアジペート、ジオクチルアジペート等のアジピン酸エステル等の可塑剤等を挙げることができる。

【0025】本発明の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物における有機溶剤（B）の含有量は、アクリル系ポリマー100質量部に対し、400～1900質量部の範囲である必要がある。これは、有機溶剤（B）が400質量部未満であると、熱可塑性アクリル系ポリマー（A）が有機溶剤（B）中に均一に溶解せず、不溶解物が生成することによって、ディップ塗装やスクリーン印刷した際、均一な塗膜を得ることが困難となり、1900質量部を超えると、焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物の温度25℃におけるB型粘度を10,000mPa·s以上とするのが困難と

なり、得られる焼成型ペーストの粘度が不足し、ペーストの加工性が損なわれる傾向にあるためである。有機溶剤（B）の含有量は、下限値としては700質量部以上とすることが好ましく、上限値としては1400質量部以下とすることが好ましい。

【0026】本発明の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物は、大気中雰囲気及び／又は不活性ガス雰囲気中においてもスラッジ等の熱分解残渣の少ないと特徴としており、10℃/minの昇温速度で450℃までの加熱による焼成条件での熱分解残差を0.5質量%以下とすることが可能である。

【0027】従来使用されていたエチルセルロース樹脂やブチラール樹脂は、450℃以下の低温焼成ではスラッジと称する残渣が多く発生する不具合が生じ、さらに不活性雰囲気中で焼成した場合、さらにスラッジが多く発生するので、電子材料用等の高純度の品質が必要な部分には使用できないという不都合があったが、本発明のアクリル系バインダー樹脂組成物であれば、このような不都合がなく、電子材料用等の高純度の品質が必要な部分にも使用できる。また、熱により酸化反応が進む金属フィラーや熱劣化を起こしやすい金属酸化物、蛍光体等に対して好適に使用できるものである。

【0028】なお、不活性雰囲気とは、一般的には窒素雰囲気を意味することが多いが、ここでは、酸素と窒素の混合ガスの雰囲気であっても良く、ヘリウム、ネオン、アルゴン等の不活性ガスの雰囲気であっても良い。

【0029】本発明の焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物とともに使用されるフィラーとしては、特に限定されるものではないが、例えば、アルミナ、ジルコニア、酸化チタン、チタン酸バリウム等の酸化物系化合物、窒化アルミニナ、窒化珪素、窒化ホウ素等の窒化物系化合物、銅、銀、ニッケル等の金属、低融点ガラス粉等のシリカ系粉体、陰極線やPDP等に用いられる各種蛍光体等を挙げることができる。

【0030】焼成型ペーストの構成成分であるフィラーと本発明のアクリル系バインダー樹脂組成物の混合比は、フィラー100質量部に対して、バインダー樹脂組成物の固形分が3～30質量部の範囲であるのが一般的であるが、フィラーの比重によって最適な混合比が変化するため、この範囲に限定されるものではない。また必要に応じて可塑剤、分散助剤、消泡剤等を焼成型ペーストに添加してもよい。

【0031】焼成型ペーストの塗工方法としては、高粘度用途では、ディップ塗装または、スクリーン印刷等を挙げることができ、低粘度用途では、ドクターブレード法やキャスト法等を挙げができる。

【0032】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明する。

【0033】

【実施例】実施例中の「部」は「質量部」を示し、

「%」は「質量%」を示す。実施例中の評価方法は、以下の通りである。

【0034】<焼成性>バインダー樹脂を105°Cで約2時間の乾燥条件で乾燥させ、サンプル量10~20mgをアルミ皿にのせ、TG(熱減量分析)で評価した。雰囲気は、窒素中で昇温速度10°C/minで室温から450°Cまで昇温した後、室温まで冷却し、残渣の状態を観察した。

熱減量率(質量%) = (サンプリング質量(mg) - 残渣の質量(mg)) / サンプリング質量(mg)

◎: アルミ皿に黒色もしくは、灰色の残渣がなく、完全に分解していた。

熱減量率99.9質量%以上

○: アルミ皿に黒色もしくは、灰色の残渣がなく、完全に分解していた。

熱減量率99.5質量%以上~99.9質量%未満

△: アルミ皿に黒色もしくは、灰色の残渣があり、分解不良物が観察された。

熱減量率97質量%以上~99.5質量%未満

×: アルミ皿に黒色もしくは、灰色の残渣があり、分解不良物が観察された。

熱減量率97質量%未満

【0035】<有機溶剤溶解性>アクリル系ポリマーを搅拌機及びコンデンサーを備えた2リッターの3つ口フラスコに入れた有機溶剤中に投入し、100°Cに昇温して3時間搅拌、100°Cで3時間保持した後、サンプル量10~20gをガラス板上にのせ約5cm²に塗り広げた後、目視でアクリル系バインダー樹脂の溶解性を評価した。

○: ガラス板上にのせたサンプルは有機溶剤中に均一に溶解しており、不溶解物は観察されなかった。.

△: ガラス板上にのせたサンプルに一部不溶解物が観察された。

×: ガラス板上にのせたサンプルに不溶解物が多数観察*

*された。

【0036】<樹脂組成物B型粘度>アクリル系ポリマーを搅拌機及びコンデンサーを備えた2リッターの3つ口フラスコに入れた有機溶剤中に投入し、100°Cに昇温して3時間搅拌、100°Cで3時間保持した後、サンプル量約180gをガラス製サンプル瓶(容量200ml)に入れ、蓋をして25°Cの恒温水槽に2時間以上浸漬させた後、B型粘度の測定を行なった。

【0037】<重量平均分子量>GPC(ゲルバーミエーションクロマトグラフ)を用いて測定した。

【0038】【実施例1】搅拌機及びコンデンサーを備えた2リッターのセバラブルフラスコに純水750部、ポリビニルアルコール(ケン化度80%、重合度1700)2.0部を溶解させ、硫酸ナトリウム2.5部を加えた中に、メチルメタクリレート200部、イソブチルメタクリレート300部、過酸化ベンゾイル0.5部のモノマー混合物を投入し、500rpmで激しく搅拌して懸濁状態にし、80°Cに昇温し、4時間80°Cで保持し、重合を終了した。得られた懸濁物を脱水・乾燥(40°C、24時間)してビーズ状ポリマー(A1)を得た。

【0039】得られたポリマー(A1)100部を搅拌機及びコンデンサーを備えた2リッターの3つ口フラスコに入れたベンジルアルコール900部中に投入し、100°Cに昇温して3時間搅拌、100°Cで3時間保持して、焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物(C1)を製造した。

【0040】【実施例2~8】実施例1と同様の方法により、表1及び表2に示す焼成型ペースト用アクリル系バインダー樹脂組成物(C2~C8)を製造した。

【0041】得られた各実施例のバインダー樹脂の評価結果を表1および表2に示す。

【0042】

【表1】

| | | 実施例1 (C1) | 実施例2 (C2) | 実施例3 (C3) | 実施例4 (C4) | 実施例5 (C5) |
|---------------------|--|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| アクリル系 樹脂組成 | (a1) iBMA | 60% | 80% | 60% | - | 60% |
| | nBMA | - | - | - | - | - |
| (a2) 2-ヒドロキシメタクリレート | MMA | 40% | 20% | 40% | 20% | 35% |
| | (a2) 2-ヒドロキシメタクリレート | - | - | - | - | 2% |
| 重量平均分子量 | | 500万 | 220万 | 500万 | 600万 | 550万 |
| 溶剂(E) | ベンゼン-1,4-ジオキサン(206°C) | 100% | 100% | 100% | 100% | 100% |
| 樹脂組成 | ブチルACN-1,4-ジオキサン(247°C) | - | - | - | - | - |
| | タビコ-1,4-ジオキサン(221°C) | - | - | - | - | - |
| バインダー固形分(%) | 100部 800部 | 100部 900部 | 100部 700部 | 100部 1415部 | 100部 900部 | 100部 800部 |
| 評価結果 | 燃焼性 有機溶剤溶解性 樹脂組成物B型粘度 (mPa·s) | ○ ○ 25,000 | ○ ○ 18,000 | ○ ○ 55,000 | ○ ○ 12,000 | ○ ○ 38,000 |

【0043】表中の記号は以下の通りである。

※50※ iBMA: イソブチルメタクリレート

nBMA : ノルマルブチルメタクリレート
MMA : メチルメタクリレート

* 【0044】
* 【表2】

| | | 実施例6 (C 6) | 実施例7 (C 7) | 実施例8 (C 8) |
|----------------------|------------------------|---------------|---------------|---------------|
| アクリル系 樹脂(A) 組成 | (a1) iBMA | — | 60% | 60% |
| | nBMA | 60% | — | — |
| | MMA | 40% | 40% | 40% |
| | (a2) 2ヒドロキシメタクリレート | — | — | — |
| 重量平均分子量 | | 480万 | 500万 | 600万 |
| 溶剂(B) 組成 | ベンゼン トルエン(沸点 206°C) | 100% | 60% | 80% |
| | アセトニトリル(沸点 247°C) | — | — | 40% |
| | タビコール(221°C) | — | 40% | — |
| バインダー 樹脂組成 | アクリル樹脂(A) 溶剤(B) | 100部 900部 | 100部 900部 | 100部 900部 |
| | バインダー固形分 (%) | 10 | 10 | 10 |
| 評価結果 | 焼成性 | ○ | ○ | ○ |
| | 有機溶剤溶解性 | ○ | ○ | ○ |
| | 樹脂組成物B型粘度 (mPa.s) | 88,000 | 65,000 | 60,000 |

【0045】表中の記号は以下の通りである。

iBMA : イソブチルメタクリレート

nBMA : ノルマルブチルメタクリレート

MMA : メチルメタクリレート

※グリセリン樹脂(C 9~C 12)を製造した。実施例1と同様にして、表3に示す各種アクリル系バインダーグリセリン樹脂を得た。得られた各比較例のバインダーグリセリン樹脂の評価結果を表3に示す。

【0046】[比較例1~4]実施例1と同様の方法により、

表1及び表2に示す焼成型ペースト用アクリル系バイン*

【0047】

【表3】

| | | 比較例1 (C 9) | 比較例2 (C 10) | 比較例3 (C 11) | 比較例4 (C 12) |
|----------------------|------------------------|---------------|----------------|----------------|----------------|
| アクリル系 樹脂(A) 組成 | (a1) iBMA | 80% | 80% | 60% | — |
| | nBMA | — | — | — | — |
| | MMA | 20% | 20% | 28% | — |
| | (a2) 2ヒドロキシメタクリレート | — | — | 14% | — |
| エチル-1 | | — | — | — | 100% |
| 重量平均分子量 | | 220万 | 220万 | 640万 | — |
| 溶剤(B) 組成 | ベンゼン トルエン(沸点 206°C) | — | 30% | 100% | 100% |
| | アセトニトリル(沸点 247°C) | — | — | — | — |
| | タビコール(221°C) | 100% | 70% | — | — |
| バインダー 樹脂組成 | アクリル樹脂(A) 溶剤(B) | 100部 900部 | 100部 900部 | 100部 900部 | 100部 900部 |
| | バインダー固形分 (%) | 10 | 10 | 10 | 10 |
| 評価結果 | 焼成性 | ○ | ○ | △ | × |
| | 有機溶剤溶解性 | × | △ | × | ○ |
| | 樹脂組成物B型粘度 (mPa.s) | 120,000 | 80,000 | 65,000 | 55,000 |

【0048】表中の記号は以下の通りである。

iBMA : イソブチルメタクリレート

nBMA : ノルマルブチルメタクリレート

MMA : メチルメタクリレート

【0049】

★【発明の効果】以上の説明から明らかのように、本発明は、少量でペーストに高粘度を付与するとともに、焼成性にも優れた焼成型ペースト用アクリル系バインダーグリセリン樹脂組成物を提供するものであり、工業上非常に有益な

★50 ものである。